

2/7/1

DIALOG(R)File 351:Derwent WPI

(c) 2001 Derwent Info Ltd. All rts. reserv.

008250055

WPI Acc No: 1990-137056/199018

Silicone type pressure sensitive adhesive compsn. - comprises mixt. of partial condensate of diorgano-polysiloxane and co-polysiloxane

Patent Assignee: SHINETSU CHEM IND CO LTD (SHIE )

Number of Countries: 001 Number of Patents: 002

Patent Family:

Patent No	Kind	Date	Applicat No	Kind	Date	Week
-----------	------	------	-------------	------	------	------

JP 2086678	A	19900327	JP 88236889	A	19880921	199018 B
------------	---	----------	-------------	---	----------	----------

JP 95026085	B2	19950322	JP 88236889	A	19880921	199516
-------------	----	----------	-------------	---	----------	--------

Priority Applications (No Type Date): JP 88236889 A 19880921

Patent Details:

Patent No	Kind	Lan Pg	Main IPC	Filing Notes
-----------	------	--------	----------	--------------

JP 95026085	B2	6	C09J-183/07	Based on patent JP 2086678
-------------	----	---	-------------	----------------------------

Abstract (Basic): JP 2086678 A

Adhesive comprises: (A) a mixt. or partial condensate of (A-1) a diorganopolysiloxane of formula (I), (where at least two of R<sub>2</sub> gps. are alkenyls and (A-2) a copolysiloxane consisting of M siloxane units of R<sub>2</sub>SiO<sub>1/2</sub>, Q siloxane units of SiO<sub>2</sub>, T siloxane units of R<sub>3</sub>SiO<sub>3/2</sub>, and/or D siloxane units of R<sub>2</sub>R<sub>3</sub>SiO and contg. 1-15 mol.% of T and/or D units; (B) an organohydrodienepolysiloxane contg. at least two H atoms bonded to Si in a mol. corresponding to H atoms of more than 0.7 to one alkenyl gp. in (A); and (C) a Pt catalyst. (Where R<sub>1</sub> is opt. subst., same or different monovalent hydrocarbon gps. or OH, R<sub>2</sub> denotes opt. subst., monovalent hydrocarbon gps., R<sub>3</sub> is alkenyl, and m is a positive integer).

USE/ADVANTAGE - The adhesive is used for mfg. pressure sensitive adhesive tapes and sheets. The adhesive can be cured at temps. lower than 100 deg.C and shows excellent cohesion, tackiness, and adhesion. (7pp Dwg.No.0/0)

Derwent Class: A26; A81; G03

International Patent Class (Main): C09J-183/07

International Patent Class (Additional): C09J-183/04; C09J-183/05

## ⑫ 公開特許公報(A) 平2-86678

⑤ Int. Cl.<sup>5</sup>C 09 J 183/07  
183/05  
183/06

識別記号

JGH

庁内整理番号

6609-4J

④ 公開 平成2年(1990)3月27日

審査請求 未請求 請求項の数 1 (全7頁)

⑥ 発明の名称 シリコン系感圧接着剤組成物

② 特 願 昭63-236889

② 出 願 昭63(1988)9月21日

⑦ 発 明 者 五 明 史 朗 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社  
シリコン電子材料技術研究所内⑦ 発 明 者 小 堀 高 秀 群馬県安中市磯部2丁目13番1号 信越化学工業株式会社  
シリコン電子材料技術研究所内

⑦ 出 願 人 信越化学工業株式会社 東京都千代田区大手町2丁目6番1号

⑦ 代 理 人 弁理士 山本 亮一 外1名

## 明 細 書

## 1. 発明の名称

シリコン系感圧接着剤組成物

## 2. 特許請求の範囲

## 1. 1) 下記



(ここにR<sup>1</sup>は非置換または置換の同一または異種の1価炭化水素基または水酸基、R<sup>2</sup>は非置換または置換の同一または異種の1価炭化水素基、mは正の整数)で示され、R<sup>2</sup>のうち少なくとも2個はアルケニル基であるジオルガノポリシロキサン、

b) 式R<sup>2</sup><sub>3</sub>SiO<sub>1.5</sub>で示されるシロキサン単位【M単位】(R<sup>2</sup>は前記に同じ)、式SiO<sub>2</sub>で示されるシロキサン単位【Q単位】と式R<sup>2</sup>SiO<sub>3/2</sub>で示されるシロキサン単位【T単位】(R<sup>2</sup>はアルケニル基)および/または式R<sup>2</sup>R<sup>2</sup>

SiOで示されるシロキサン単位【D単位】

(R<sup>2</sup>, R<sup>3</sup>は前記に同じ)とからなる共重合体

で、前記T単位および/またはD単位を1~

15モル%含有するオルガノポリシロキサン

との配合物またはその部分縮合物、

## 2) 前記第1成分中のアルケニル基1個当り

0.7個以上のけい素結合水素原子を与えるに必要な量の、1分子中に少なくとも2個のけい素原子結合水素原子を含有するオルガノハイドロジェンポリシロキサン、

## 3) 白金系触媒

とからなることを特徴とするシリコン系感圧接着剤組成物。

## 3. 発明の詳細な説明

## 〔産業上の利用分野〕

本発明は、シリコン系感圧接着剤組成物、特には100℃以下の温度で加硫することができる、凝集力がすぐれており、粘着力、接着性が良好であるシリコン系感圧接着テープ、シートなどの製造に有用とされるシリコン系感圧接着剤組成

物に関するものである。

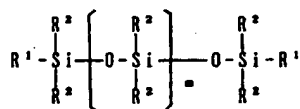
#### 〔従来の技術〕

シリコン系感圧接着剤は一般式  $R_3SiO_{1/2}$  単位 [M 単位] (R は 1 価炭化水素基) で示されるオルガノポリシロキサンと  $SiO_2$  単位 [Q 単位] のオルガノシラン、シロキサンとの共重合体 (以下 M Q シロキサンと略記する)、またはこの M 単位、Q 単位と、一般式  $R_3SiO$  単位 [D 単位] で示されるオルガノシロキサンとの共重合体 (以下 M D Q シロキサンと略記する) を主材とするオルガノシロキサン組成物を、有機過酸化物と共に加熱加硫して凝集力を出現させることによって作られているが、このシリコン系感圧接着剤は耐熱性、耐寒性、耐薬品性、電気特性がすぐれており、さらには生体に対して不活性であるという特性をもっていることから、耐熱性を有する電気絶縁テープ類、電気、電子の各種部品を薬品等でエッチングする際のマスキングテープ類、高温部における接着テープ類、医療用の接着テープ類などの分野に広く使用されるようになってきているが

のものとし、これにけい素結合水素原子を有するオルガノハイドロジエンシロキサンと白金系触媒を添加し、これらを比較的低温で付加反応させて硬化するという方法も提案されている (特開昭 63-22886 号公報参照) が、これには M 単位と Q 単位からなる M Q シロキサンは M/Q の比を一定にした場合、M Q シロキサンの分子量を大きく、分子量分布を広くしようとしても限界があつて目的とする値が得られない。従つて、このような M Q シロキサンを用いて作った感圧接着剤は、凝集力、粘着力を向上させることが極めて困難であるという不利がある。

#### 〔発明の構成〕

本発明はこのような不利を解決したシリコン系感圧接着剤組成物に関するものであり、これは下記 a) 一般式



(ここに  $R^1$  は非置換または置換の同一または異種

、これは比較的耐熱性を重視する用途に使用されているためにこのシリコン系感圧接着剤を塗布するテープ、シートなどの基材も耐熱性のすぐれた材料が使用されている。

しかして、このシリコン系感圧接着剤を用いたシート、テープ類は耐熱性を必要としない用途にも使用されており、この場合にはこの基材が耐熱性のよい、したがって高価なものとされているのでこの対象が付加価値の高い製品、商品用に限定されていたが、最近はこの基材を耐熱性のないものとするものも製品化され、その用途も多様化されてきているが、この場合には有機過酸化物による加硫が 130℃ 以上、好ましくは 150℃ 以上の高温で行なわれるためにこの非耐熱性の基材がこの温度に耐えられない場合が多くなり、したがってこのシリコン系感圧接着剤についてはより低温で加硫することができるものが求められている。

そのため、このシリコン系感圧接着剤については上記した M Q シロキサンをアルケニル基含有

の 1 価炭化水素基または水酸基、 $R^2$  は非置換または置換の同一または異種の 1 価炭化水素基、 $m$  は正の整数) で示され、 $R^2$  のうち少なくとも 2 個はアルケニル基であるジオルガノポリシロキサンと、 b) 式  $R^2_3SiO_{1/2}$  で示されるシロキサン単位 [M 単位] ( $R^2$  は前記に同じ)、式  $SiO_2$  で示されるシロキサン単位 [Q 単位] と式  $R^2_3SiO_{1/2}$  で示されるシロキサン単位 [T 単位] ( $R^2$  はアルケニル基) および/または式  $R^2R^3SiO$  で示されるシロキサン単位 [D 単位] ( $R^2, R^3$  は前記に同じ) とからなる共重合体で、前記 T 単位および/または D 単位を 1~15 モル% 含有するオルガノポリシロキサンとの配合物、またはその部分縮合物、 2) 前記第 1 成分中のアルケニル基 1 個当り 0.7 個以上のけい素結合水素原子を与えるに必要な量の、1 分子中に少なくとも 2 個のけい素結合水素原子を含有するオルガノハイドロジエンポリシロキサン、 3) 白金系触媒とからなることを特徴とするものである。

すなわち、本発明者らは例えば 100℃ 以下の比

較的低温で加硫させることのできるシリコン系感圧接着剤組成物を開発すべく種々検討した結果、この主材とされる感圧接着剤をジオルガノポリシロキサンとアルケニル基を含有するMDQ、MTQあるいはMDTQシロキサンとからなるものとし、これにけい素結合水素原子を含有するオルガノハイドロジェンシロキサンと白金系触媒を添加した付加反応形の組成物とすれば、これが100℃以下の温度、例えば60℃でも加硫することができるし、このようにして得られた加硫後の組成物は凝集力がすぐれており、粘着力、接着力がともに極めて良好なものになるということを見出した。したがってこのシリコン系感圧接着剤組成物を塗布する基材が特に耐熱性のすぐれたものでない場合でも加硫時にこの基材が加硫温度で熱劣化による基材の性能の低下がなく、また、熱によって形状が変化されることがないので安価な粘着テープ、シート類を容易に得ることができるということを確認して本発明を完成させた。

以下にこれを詳述する。

換の同一または異種の1価炭化水素基、 $m$ は正の整数であるが、このものはその $R^2$ のうちの少なくとも2個はアルケニル基であるものとする必要がある。

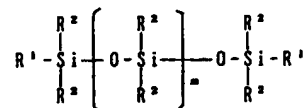
このジオルガノポリシロキサンは平均重合度が100以上、好ましくは1,000以上のものとするのがよく、この $R^2$ は上記したように少なくとも2個はアルケニル基とする必要があり、残余はメチル基とすればよいが耐熱性を向上させるという目的からは少量のフェニル基を導入したものとしてもよい。また、このジオルガノポリシロキサンの分子量分布は必ずしも正規分布した狭いものである必要はなく、目的に応じて低分子のものと高分子のものとが混合されたジオルガノポリシロキサンを使用してもよい。

また、この1) b) 成分としてのオルガノポリシロキサンは $R^2_2SiO_{1/2}$ 単位[M単位] ( $R^2$ は前記に同じ)、 $SiO_2$ 単位[Q単位]と $R^2SiO_{3/2}$ 単位[T単位] ( $R^2$ はアルケニル基) および/または $R^2R^3SiO$ 単位[D単位] ( $R^2, R^3$ は前記に同じ)

本発明の組成物を構成する第1成分は下記1)

a) のジオルガノポリシロキサンと1) b) のオルガノポリシロキサンの配合物またはその部分縮合物である。

この1) a) 成分としてのジオルガノポリシロキサンは一般式



で示され、 $R^1$ はメチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基などのアルキル基、シクロヘキシル基などのシクロアルキル基、ビニル基、アリル基などのアルケニル基、フェニル基、トリル基などのアリール基、またこれらの基の炭素原子に結合した水素原子の一部または全部をハロゲン原子、シアノ基、メルカプト基などで置換したクロロメチル基、トリフルオロプロピル基、シアノエチル基、メルカプトプロピル基などから選択される非置換または置換の同一または異種の1価炭化水素基または水酸基、 $R^2$ は $R^1$ と同様の非置換または置

とからなるMTQ、MDQ、MDTQなどのシロキサンの共重合体とされ、この $R^1$ は好ましくはメチル基、Q単位としての $SiO_2$ はアルキルシリケートおよび/またはその部分縮合物、水ガラスなどから得られるもの、T単位の $R^2$ は好ましくはビニル基としたものが例示されるが、このものはT単位および/またはD単位の含有量が1モル%より少ないと感圧接着剤の凝集力が弱くなり粘着力が小さな値となり、15モル%より多いと凝集力は強くなるが、粘着力が悪くなる。また、ジオルガノポリシロキサンとの相溶性が悪くなるので、これは1~15モル%の範囲とすることが必要である。また、このもののM/Q(モル比)は0.5より小さいと上記した1) a) 成分としてのジオルガノポリシロキサンの相溶性が乏しくなって接着力の弱いものとなり、1.1より大きくなると凝集力が弱くなって感圧接着剤としての性能がわるくなるので0.5~1.1の範囲とする必要があるが、この好ましい範囲は0.7~0.9である。

また、本発明における第1成分としてのオルガ

ノポリシロキサンは上記したa)成分としてのオルガノポリシロキサンとb)成分としてのオルガノシロキサン共重合体との配合物あるいはその部分縮合物であるが、この配合に当ってa)成分が200,000cS以上の高い粘度をもつものであるときには必要に応じてa)、b)成分を溶解する溶剤を使用して配合したり、縮合させてもよい。また、このa)成分とb)成分との配合比はa)成分20~80重量部に対してb)成分を80~20重量部とすればよいが、これは好ましくは40~60重量部/60~40重量部とすることがよい。

本発明の組成物を構成する第2成分としてのオルガノハイドロジエンポリシロキサンは上記した第1成分としてのオルガノシロキサンの架橋剤として作用するものであり、このものは第1成分中のアルケニル基と付加反応するためのけい素原子結合水素原子を1分子中に少なくとも2個含有するものとする必要があるが、第1成分としてのオルガノポリシロキサンとの相溶性のよいものであることが好ましいので、このけい素原子に結合し

調節するためにこの反応を遅延させる公知の添加剤、例えばアルキニルアルコール系化合物、アミン類、メルカプタン類などを添加することは任意である。

つぎに本発明の実施例をあげるが、例中の部は重量部を、粘度は25℃における測定値を示したものであり、例中における物性値は下記の方法による測定結果を示したものである。

#### 〔タック性〕

傾斜角30°の斜面で助走距離10cmのところから、温度23±2℃、相対湿度60±5%の条件でJIS G 4805のSUJ2の鋼球をころがして、粘着剤層10cmの範囲内で停止する鋼球の大きさで示した(傾斜式ボールタック測定法)。

#### 〔粘着力〕

ステンレス板(SUS 27cp, 280グリット)の中央に試験片の粘着剤層側を下側に軽く貼り、この上から厚さ約6mmのゴム層で被覆された直径80mm、重さ2,000±50gの金属製のローラーを圧着速度300mm/分で1往復させて試験片をステ

た水素原子以外の有機基はメチル基、エチル基などのアルキル基とすることが好ましく、またその分子量も平均重合度が10~100程度のものとすることがよい。なお、このオルガノハイドロジエンポリシロキサンの配合量は第1成分に対し第1成分中に含有されているアルケニル基1個当り0.7個以上のけい素結合水素原子を与えるのに必要な量としなければならないが、これは第1成分中のアルケニル基1個に対してけい素結合水素原子を1~10個与えるのに必要な量とすることがよい。

つぎに本発明の組成物を構成する第3成分としての白金系触媒は付加反応用触媒として公知のものでよく、したがってこれには塩化白金酸、塩化白金酸とオレフィンまたはビニルシロキサンとの錯体、塩化白金酸のアルコール溶液などが例示される。また、この配合量は特に限定されるものではないが、これは通常第1成分と第2成分との合計量100重量部に対して白金金属として1~400重量部の範囲とすればよい。なお、この白金系触媒についてはこの添加による付加反応速度を

ンレス板に圧着する。ついで、この試験片を23±2℃、60±5%RHの恒温恒湿槽に16時間静置したのち、遊びの部分的角度180°に折返し、300mm/分の速度で連続して引き剥したときの剥離力で示した。

#### 〔凝集力〕

前記したステンレス板に長さ20mm、巾10mmの面積で試験片を貼付し、荷重1,000±10gを懸垂させ、23±2℃、60±5%RHの雰囲気中に30分間放置したのちのズレ距離をもって示した。

#### 実施例1

R<sub>2</sub>SiO<sub>2</sub>単位(Rの99.7モル%はメチル基で、0.3モル%はビニル基)からなり、分子鎖末端が水酸基で封鎖された平均重合度が7,000である生ゴム状のメチルビニルポリシロキサン180部と(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO<sub>1.72</sub>単位0.8モル、SiO<sub>2</sub>単位1.0モルおよびCH<sub>2</sub>=CHSiO<sub>1.72</sub>単位0.05モルからなるMTQレジン200部とをトルエン163部に溶解し、これに27%アンモニア水を3.0部添加し、50℃で4時間攪拌したのち、温度を116℃まで上げ、2時間に

わたり系内のアンモニア水を窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分の調整をしたところ、不揮発分60.3%、粘度1.130 Pの無色透明で粘稠な液体が得られた。

ついで、このもの100部にメチルヒドロジェンポリシロキサン(100g中に1.2モルの水素を含有)5部を加え、白金触媒を白金の量として30ppm加えて混合し、これを厚さ30 $\mu$ mのポリエステルテープに塗布して40 $\mu$ mの塗膜厚さとし、90℃で5分間加硫させたテープの物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力710g/19mm、凝集力0.05mmの性能を示したので、ここに得られた液体はすぐれた感圧接着剤であることが確認された。

#### 実施例2

実施例1で用いたメチルビニルポリシロキサン180部と $(CH_3)_3SiO_{1/2}$ 単位0.8モル、 $SiO_2$ 単位1.0モルおよび $CH_2=CHSiO_{1/2}$ 単位0.05モルとからなるMDQレジン200部をトルエン163部に溶解し、これに27%アンモニア水を3.0部添加し、50

行なったところ、不揮発分60.8%、粘度1.050 Pの無色透明で粘稠な液体が得られた。

ついで、このものを実施例1と全く同じように処理して感圧接着テープを作り、その特性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力700g/19mm、凝集力0.07mmの良好な性能を示した。

#### 実施例4

$R_2SiO$ 単位(Rの96.6モル%はメチル基で0.4モル%はビニル基、3.0モル%はフェニル基)からなり、分子鎖末端が水酸基で封鎖された平均重合度が6,500である生ゴム状のメチル・フェニル・ビニルポリシロキサン170部と $(CH_3)_3SiO_{1/2}$ 単位0.75モル、 $SiO_2$ 単位1.0モルおよび $CH_2=CHSiO_{1/2}$ 単位0.1モルとからなるMTQレジン230部とをトルエン172部に溶解し、これに27%アンモニア水を4.0部添加し、50℃で6時間攪拌したのち、温度を118℃まで上げ、2時間にわたり系内のアンモニア水を窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分の調整を行なった

℃で4時間攪拌したのち、温度を116℃まで上げ、2時間にわたり系内のアンモニア水を窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分を調整したところ、不揮発分59.7%、粘度950 Pの無色透明で粘稠な液体が得られた。

ついで、このものを実施例1と全く同じように処理して感圧接着テープを作り、その物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力730g/19mm、凝集力0.08mmのすぐれた性質を示した。

#### 実施例3

実施例1で用いたメチルビニルポリシロキサン180部と $(CH_3)_3SiO_{1/2}$ 単位0.8モル、 $SiO_2$ 単位1.0モル、 $CH_2=CHSiO_{1/2}$ 単位0.025モルおよび $CH_3\cdot CH_2=CHSiO$ 単位0.025モルとからなるMTDQレジン200部とをトルエン163部に溶解し、これに27%アンモニア水を3.0部添加し、50℃で4時間攪拌したのち、温度を116℃まで上げて、2時間にわたり系内のアンモニア水を窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分の調整を

ところ、不揮発分60.2%、粘度1.350 Pの淡黄色透明で粘稠な液体が得られた。

ついで、このもの100部にメチルヒドロジェンポリシロキサン(100g中に2モルの水素を含有)を7部加え、白金触媒を白金の量として40ppm加え混合した。これを厚さ30 $\mu$ mのポリエステルテープに塗布して40 $\mu$ mの塗膜厚さとし、100℃で3分間加硫させたテープの物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力690g/19mm、凝集力0.02mmの性能を示し、ここに得られた液体はすぐれた感圧接着剤であることが確認された。

#### 実施例5

実施例4で用いたメチル・フェニル・ビニルポリシロキサン170部と $(CH_3)_3SiO_{1/2}$ 単位0.75モル、 $SiO_2$ 単位1.0モル、 $CH_2=CHSiO_{1/2}$ 単位0.05モルおよび $CH_3\cdot CH_2=CHSiO$ 単位0.05モルとからなるMTDQレジン230部とをトルエン172部に溶解し、これに27%アンモニア水を4.0部添加し、50℃で6時間攪拌したのち、温度を118℃まで上

げ、2時間にわたり系内のアンモニア水を窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分の調整を行なったところ、不揮発分が59.7%、粘度が1,420 Pの淡黄色透明で粘稠な液体が得られた。

ついで、このものを実施例4と同じように処理して感圧接着テープを作り、その物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力690g/19mm、凝集力0.03mmのすぐれた性能を示した。

#### 実施例6

実施例4で用いたメチル・フェニル・ビニルポリシロキサン170部と $(CH_3)_3SiO_{1.5}$ 単位0.75モル、 $SiO_2$ 単位1.0モルおよび $CH_2=CHSiO_{1.5}$ 単位0.1モルからなるMDQレジン230部とをトルエン172部に溶解し、これに27%アンモニア水を4.0部添加し、50℃で6時間攪拌したのち、温度を118℃まで上げ、2時間にわたり系内のアンモニア水を窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分の調整を行なったところ、不揮発分61.0%、粘度1,280 Pの淡黄色透明で粘稠な液体

ンポリシロキサン(100g中に2.5モルの水素を含有)を10部加え、白金触媒を白金の量で50ppm加え混合し、これを厚さ30 $\mu$ mのポリエステルテープに塗布して40 $\mu$ mの塗膜厚さとし、85℃で6分間加硫させたテープの物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力720g/19mm、凝集力0.01mmのすぐれた性能を示した。

#### 実施例8

$R_2SiO$ 単位(Rの99.7モル%はメチル基で0.3モル%はビニル基)からなり、分子鎖末端がビニル基で封鎖された平均重合度が7,000である生ゴム状のメチルビニルポリシロキサン180部と $(CH_3)_3SiO_{1.5}$ 単位0.8モル、 $SiO_2$ 単位1.0モルおよび $CH_2=CHSiO_{1.5}$ 単位0.05モルからなるMTQレジン200部とをトルエン163部に溶解し、これに27%アンモニア水を3.0部添加し、50℃で4時間攪拌したのち、温度を116℃まで上げ、2時間にわたって系内のアンモニア水を窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分の

を得た。

ついで、このものを実施例4と同じように処理して感圧接着テープを作り、その物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力680g/19mm、凝集力0.02mmの性能を示した。

#### 実施例7

$(CH_3)_3SiO_{1.5}$ 単位0.7モル、 $SiO_2$ 単位1.0モルおよび $CH_2=CHSiO_{1.5}$ 単位0.17モルからなるMTQレジン130部と $R_2SiO$ 単位(Rの99.5モル%はメチル基で0.3モル%はイソブチル基、0.2モル%はビニル基)からなり、分子鎖末端が水酸基で封鎖された平均重合度が2,000のメチル・イソブチル・ビニルポリシロキサン80部とをトルエン90部に溶解し、27%のアンモニア水を3.0部添加して40℃で8時間攪拌したのち、113℃に温度を上げ、窒素ガスでアンモニア水を系内から2時間にわたり追い出し、トルエンを加えて不揮発分の調整を行なったところ、不揮発分61.5%、粘度120 Pの無色透明な液体が得られた。

ついで、このもの100部にメチルヒドロジェ

調整を行なったところ、不揮発分59.8%、粘度1,220 Pの無色透明で粘稠な液体を得た。

ついで、このものを実施例1と全く同じように処理して感圧テープを作り、その物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力720g/19mm、凝集力0.04mmのすぐれた性能を示した。

#### 実施例9

実施例8で用いたメチルビニルポリシロキサン180部と実施例3で用いたMTDQレジン200部とをトルエン163部に溶解し、実施例3と同様に処理して感圧接着剤を作った。このものの性状は、不揮発分60.5%、粘度1,150 Pの無色透明の粘稠な液体であったが、これを実施例1と全く同じように処理して感圧接着テープを作り、その特性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力730g/19mm、凝集力0.05mmのすぐれた性能を示した。

#### 実施例10

$R_2SiO$ 単位(Rの96.6モル%はメチル基、

0.4 モル%はビニル基、そして3.0 モル%はフェニル基) からなり、分子鎖末端がトリビニルシリル基で封鎖された平均重合度が6,500 である生ゴム状のメチル・フェニル・ビニルポリシロキサン170 部と実施例4 で用いたMTQ レジン230 部とをトルエン172 部に溶解し、実施例4 と同様に処理してシリコン感圧接着剤を作ったところ、不揮発分60.3%、粘度1.320 P の淡黄色透明で粘稠な液体が得られた。

ついで、このものを実施例4 と全く同じように処理して感圧接着テープを作り、その物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力690g/19mm、凝集力0.03mmのすぐれた性能を示した。

#### 実施例11

実施例10で用いたメチル・フェニル・ビニルポリシロキサン170 部と実施例6 で用いたMDQ レジンとを混合し、このものを実施例6 と同様に処理してシリコン感圧接着剤を作ったところ、不揮発分59.8%、粘度1.330 P の淡黄色透明で粘稠

の温度で5 分間加硫したテープの物性を調べたところ、このものはボールタック26、粘着力580g/19mm、凝集力は、試験片がずれ落ちてしまい測定不可能な程弱い値を示した。また、ポリエステルテープの代わりにポリイミドの30 $\mu$ m 厚さのテープを用いて塗布厚さを40 $\mu$ m とし、200 $^{\circ}$ C の温度で2 分間加硫させたテープの物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力700g/19mm、凝集力0.04mmの性能を示した。

#### 参考例2

R<sub>2</sub>SiO 単位 (R の99.6モル%はメチル基で0.4 モル%はビニル基) からなり、分子鎖末端がビニル基で封鎖された平均重合度が6,500 である生ゴム状のメチルビニルポリシロキサン170 部と、(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO<sub>1.75</sub>単位0.75モル、SiO<sub>2</sub>単位1.0 モルからなるMQ レジン230 部とをトルエン172 部に溶解し、これに27%アンモニア水を4.0 部添加し、50 $^{\circ}$ C で6 時間攪拌したのち、温度を118 $^{\circ}$ C まで上げ、2 時間にわたり系内のアンモニア水を窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分の

な液体が得られたので、このものを実施例4 と全く同じに処理して得られた感圧接着テープの物性を調べたところ、このものはボールタック32以上、粘着力680g/19mm、凝集力0.04mmのすぐれた性能を示した。

#### 参考例1

平均重合度が7,000 で、分子鎖末端が水酸基で封鎖されたジメチルポリシロキサン180 部と(CH<sub>3</sub>)<sub>2</sub>SiO<sub>1.8</sub>単位0.8 モル、SiO<sub>2</sub>単位1.0 モルからなるMQ レジン200 部とをトルエン163 部に溶解し、これに27%アンモニア水を3.0 部添加し、50 $^{\circ}$ C の温度で4 時間攪拌したのち、温度を116 $^{\circ}$ C まで上げて、アンモニア水を系内から2 時間にわたり窒素ガスで追い出し、トルエンを加えて不揮発分の調整を行なったところ、不揮発分60.8%、粘度1.150 P の無色透明で粘稠な液体が得られた。

ついで、このもの100 部に過酸化ベンゾイルを1.2 部混合し、これを厚さ30 $\mu$ m のポリエステルテープに塗布して40 $\mu$ m の塗膜厚さとし、100 $^{\circ}$ C

調整を行なったところ、不揮発分61.3%、粘度1.130 P の無色透明で粘稠な液体が得られた。

ついで、このもの100 部にメチルヒドロジェンポリシロキサン (100 g 中に2 モルの水素を含有) を7 部加え、白金触媒を白金の量として40ppm 加え混合し、これを厚さ30 $\mu$ m のポリエステルテープに塗布して40 $\mu$ m の塗膜厚さとし、100 $^{\circ}$ C で5 分間加硫させたテープの物性を調べたところ、このものはボールタック26、粘着力560g/19mm、凝集力0.12mmの性能を示した。

特許出願人 信越化学工業株式会社

代理人・弁理士 山本 亮

代理人・弁理士 荒井 鐘

